

**В НАУЧНОМ СОВЕТЕ РАН
ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ**

НОМЕНКЛАТУРА ПО СВЕРХКРИТИЧЕСКОЙ ФЛЮИДНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ И ЭКСТРАКЦИИ (РЕКОМЕНДАЦИИ IUPAC'1993)*

Отчет содержит определения терминов и символов, используемых в случаях, когда сверхкритические флюиды служат в качестве жидкой фазы в хроматографии и смежных областях, включая экстракцию пробы. Эти термины дополняют приведенные в общей номенклатуре по хроматографии, а также более специфичные термины.

ВВЕДЕНИЕ

Согласно постановлению съезда Генеральной Ассамблеи в 1989 г. Временная Комиссия по хроматографии и другим аналитическим методам разделения начала работу над номенклатурой по хроматографии, которой ранее занималась Комиссия по аналитической номенклатуре. Большая часть работы заключалась в составлении номенклатуры по хроматографии, которая на протяжении ряда лет выполнялась L.S. Ettre и недавно была опубликована [1]. Эта работа являлась исчерпывающей и охватывающей все основные разделы хроматографии. Специальные главы охватывали особые разделы эксклюзионной и ионообменной хроматографии. Однако очевидно, что по мере развития науки о методах разделения потребуются введение дополнительных терминов и определений.

За последние несколько лет использование сверхкритических флюидов в качестве подвижной фазы в хроматографии стало общепринятым рутинным методом. В номенклатуре по хроматографии отмечено (1.4.04): "В общем, термины, используемые в газовой или жидкостной хроматографии, в равной степени применимы к сверхкритической флюидной хроматографии". Однако сверхкритическая флюидная хроматография также привела к использованию в литературе некоторых новых терминов, значение которых в целом было принято работающими в этой области. Эти новые термины были официально оформлены в настоящем дополнении к общей номенклатуре по хроматографии.

Она предназначена в качестве дополнения к основной публикации по номенклатуре и обозна-

чена как раздел 7 этой публикации [1]. Поэтому, если пропущен какой-либо термин, ранее определенный, то новое или дополнительное определение не требуется. Публикация является также дополнительной к определениям и терминам для недавно опубликованной сверхкритической флюидной хроматографии [2].

7.1. ОСНОВНЫЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

7.1.1. *Критическая температура (T_c)*. Максимальная температура, при которой газ может быть переведен в жидкость увеличением давления.

7.1.2. *Критическое давление (P_c)*. Минимальное давление, достаточное для сжижения вещества, находящегося при критической температуре. При давлении выше критического увеличение температуры не приводит к испарению жидкости с образованием двухфазной системы.

7.1.3. *Критическая точка*. Характеристическая температура (T_c) и давление (P_c), выше которых газ не может быть сжижен.

7.1.4. *Сверхкритический флюид*. Определенное состояние вещества, смеси веществ или элемента выше его критического давления (P_c) и критической температуры (T_c).

7.1.5. *Приведенная температура (T_r)*. Отношение температуры в системе (T) к критической температуре (T_c)

$$T_r = T/T_c.$$

7.1.6. *Приведенное давление (P_r)*. Отношение давления в системе (P) к критическому давлению (P_c)

$$P_r = P/P_c.$$

* Один из документов Международного союза теоретической и прикладной химии (ИЮПАК) - "Номенклатура по сверхкритической хроматографии и экстракции", опубликованный в официальном органе ИЮПАК - журнале "Pure and Applied Chemistry" (Pure and Appl. Chem. 1993. V. 65. № 11. P. 2397-2403). Основной отчет о номенклатуре по хроматографии опубликован в Pure and Appl. Chem. 1993. V. 65. № 4. P. 819-872. Перевод с английского С.Н. Калмыкова. Перевод опубликован в Журнале аналитической химии. 1998. Том 53, №11. С.1216-1219.

К публикации подготовил ROGER M. SMITH, Department of Chemistry, Loughborough University of Technology, Loughborough, Leics. LE11 3TU, UK.

7.2. ПОДВИЖНАЯ ФАЗА

7.2.1. Определение *подвижной фазы* дано в разделе 1.1.06.

7.2.2. *Давление подвижной фазы.*

7.2.2.1. *Давление на выходе (P_0).* Определение аналогично данному в 3.6.02.2. В отличие от газовой или жидкостной хроматографии в сверхкритической флюидной хроматографии давление на выходе должно сохраняться выше внешнего давления с помощью ограничителя (рестриктора) потока (7.3.1) или регулятора противодавления (7.3.2).

7.2.2.2. *Снижение давления в колонке (ΔP).* Определение аналогично данному в разделе 3.6.02.3.

7.2.3. *Объемная скорость потока подвижной фазы.* Определение аналогично данному в разделе 3.6.04. В сверхкритической флюидной хроматографии этот термин обычно означает скорость нагнетания насоса.

7.2.4. *Массовая скорость потока подвижной фазы.* Скорость потока массы, проходящей через колонку. Она обычно находится измерением скорости потока газа (или жидкости) при внешних условиях после сбрасывания давления с подвижной фазы. Если в подвижной фазе используются жидкие модификаторы, необходимо введение поправок.

7.2.5. *Состав подвижной фазы.* Состав подвижной фазы, нагнетаемой в колонку. Он должен быть определен таким образом, чтобы его можно было воспроизвести в различных лабораториях. Должны быть определены масса, объем или молярная доля, однако в каждом случае должны быть определены температура и давление. Если индивидуальные компоненты вводятся отдельно, то должны быть определены относительные скорости пропускания. Обычно используются предварительно смешанные элюенты, которые могут быть определены по массовому составу, установленному производителем. Однако состав пропускаемой смеси может зависеть от относительной летучести компонентов и может меняться как функция объема "накачивающего" шприца и времени.

7.2.5.1. *Модификатор подвижной фазы.* Модификаторами являются вещества (обычно органические, например метанол или ацетонитрил), которые, будучи добавлены в сверхкритический флюид, используемый в качестве подвижной фазы, изменяют его элюирующие свойства.

7.3. АППАРАТУРНОЕ ОФОРМЛЕНИЕ

Большинство компонентов аппаратуры для сверхкритической флюидной хроматографии со-

ответствуют таковым для жидкостной или газовой хроматографии и определены в разделе 2.1. *Аппаратура для колоночной хроматографии.*

7.3.1. *Ограничитель (рестриктор) потока.* Это приспособление для ограничения потока подвижной фазы, выходящей из колонки, используемое для поддержания давления в хроматографической колонке.

7.3.1.1. *Капиллярный ограничитель.* Это капиллярная трубка, которая может сужаться к концу или сжиматься и действует как регулятор массопотока. Насос регулирует скорость потока, определяющую давление в колонке.

7.3.1.2. *Фриттовый ограничитель.* Фритта, помещаемая на конце открытой колонки в качестве ограничителя потока.

7.3.2. *Регулятор противодавления.* Приспособление, помещаемое на выходе из колонки и используемое для регулирования давления в колонке с помощью регулирующей диафрагмы или контролирующей насадки так, что поддерживается постоянное давление на выходе из колонки независимо от скорости потока подвижной фазы.

7.3.3. *Дозатор пробы* определен в 2.1.02. В сверхкритической флюидной хроматографии наиболее общим типом является обводной дозатор (см. 2.1.02.2). В капиллярной сверхкритической флюидной хроматографии обычно используется таймированный инжектор.

7.3.3.1. *Таймированный инжектор.* Это тип обводного дозатора, в котором вращение вентиля осуществляется во временном режиме так, что только часть пробы может попасть в колонку.

7.3.4. *Проточная ячейка высокого давления.* Проточная ячейка (обычно спектроскопическая), предназначенная для использования при высоких давлениях так, что проба остается растворенной в подвижной фазе во время детектирования.

7.4. ХРОМАТОГРАФИЧЕСКАЯ СРЕДА

Сверхкритическое флюидное хроматографическое разделение проводится с капиллярными или насадочными колонками, аналогичными используемым в газовой или жидкостной хроматографии (см. раздел 3.1). Неподвижная фаза обычно химически связана с подложкой. Фазы, химически не связанные, обычно непригодны, так как неподвижная фаза может растворяться в подвижной фазе.

7.5. ТЕРМИНЫ, ОТНОСЯЩИЕСЯ К ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ ПРОЦЕССАМ

7.5.1. *Разделение при постоянном давлении.* Хроматографическое разделение при постоян-

ных значениях входного и выходного давлений.

7.5.2. *Разделение при постоянной плотности.* Хроматографическое разделение в условиях постоянства плотности. Температура и давление могут меняться во время работы.

7.5.3. *Программируемое элюирование.* Процедура, в которой условия разделения изменяются по установленной программе. В отличие от газовой или жидкостной хроматографии, могут программироваться как давление, так и температура. Термин "градиентное элюирование" должен быть ограничен изменениями в составе подвижной фазы во времени (см. 1.6.04).

7.5.3.1. *Элюирование с программируемой плотностью.* Разделение при использовании программируемого давления и/или температуры так, что плотность подвижной фазы изменяется во времени по заранее определенному способу.

7.5.3.2. *Элюирование с программируемым давлением.* Разделение с программируемым увеличением давления во времени.

7.5.3.3. *Элюирование с программируемыми давлением/температурой.* Разделение при условиях, в которых одновременно программируются давление и температура. Может быть запрограммировано как увеличение, так и уменьшение температуры.

7.6. СВЯЗАННЫЕ (СПАРЕННЫЕ) СИСТЕМЫ

Как и с отдельными хроматографическими детекторами, сверхкритическая флюидная хроматография может быть связана (спарена) с более сложными детекторами и другими методами разделения. Наиболее часто применяемые из них перечислены ниже.

7.6.1. *Связанные сверхкритическая флюидная хроматография - масс-спектрометрия (СФХ-МС).* Разделительная система, в которой выходящий поток из сверхкритического флюидного хроматографа поступает непосредственно в вводную ячейку масс-спектрометра.

7.6.2. *Связанные сверхкритическая флюидная хроматография - инфракрасная спектрометрия с преобразованием Фурье (СФХ-ИКПФ).* Разделительная система, в которой выходящий из хроматографа поток протекает непосредственно

через инфракрасный спектрометр с преобразованием Фурье.

7.6.3. *Связанные сверхкритическая флюидная хроматография - газовая хроматография (СФХ-ГХ).* Разделительная система, в которой часть выходящего потока из хроматографа для сверхкритической флюидной хроматографии переводится в порт для ввода проб или колонку газохроматографической системы.

7.7. СВЕРХКРИТИЧЕСКАЯ ФЛЮИДНАЯ ЭКСТРАКЦИЯ

7.7.1. *Сверхкритическая флюидная экстракция (СФЭ)* позволяет использовать многие приспособления для сверхкритической флюидной хроматографии. Возможно использование как в потоке метода введения пробы для хроматографических разделений, так и метод подготовки пробы вне потока.

7.7.2. *Связанные сверхкритическая флюидная экстракция - сверхкритическая флюидная хроматография (СФЭ-СФХ).* Система, в которой проба экстрагируется сверхкритическим флюидом, который затем переводит экстрагированное вещество во входной порт системы для сверхкритической флюидной хроматографии. Экстракт затем напрямую хроматографируется с использованием сверхкритического флюида.

7.7.3. *Связанные сверхкритическая флюидная экстракция - газовая хроматография (СФЭ-ГХ) и связанные сверхкритическая флюидная экстракция - жидкостная хроматография (СФЭ-ЖХ).* Система, в которой проба экстрагируется сверхкритическим флюидом, с которого затем снимается давление для перевода пробы во входной порт или колонку газовой или жидкостной хроматографической системы. Затем экстракт хроматографически детектируют.

ЛИТЕРАТУРА

1. Recommendations for Nomenclature for Chromatography//Pure and Appl.Chem. 1993. V.65. P.819.
2. Standard Guide for Supercritical Fluid Chromatography terms and relationships. ASTM E 1449. American Society for Testing and Materials. Philadelphia: PA, 1992.

ТЕРМИНЫ ПО СВЕРХКРИТИЧЕСКОЙ ФЛЮИДНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ И ЭКСТРАКЦИИ (В АЛФАВИТНОМ ПОРЯДКЕ)

Давление на выходе
Давление подвижной фазы
Дозатор пробы
Капиллярный ограничитель

outlet pressure
mobile-phase pressure
sample injector
capillary restrictor

Критическая температура	critical temperature
Критическая точка	critical point
Критическое давление	critical pressure
Массовая скорость потока подвижной фазы	mobile-phase mass flow rate
Модификатор подвижной фазы	mobile-phase modifier
Объемная скорость потока подвижной фазы	mobile-phase volume flow rate
Ограничитель (рестриктор) потока	flow restrictor
Подвижная фаза	mobile-phase
Приведенная температура	reduced temperature
Приведенное давление	reduced pressure
Программируемое элюирование	programmed elution
Проточная ячейка высокого давления	high-pressure flow cell
Разделение при постоянной плотности	isopycnic separation
Разделение при постоянном давлении	isobaric separation
Регулятор противодавления	back-pressure regulator
Сверхкритическая флюидная экстракция (СФЭ)	supercritical-fluid extraction (SPE)
Сверхкритический флюид	supercritical fluid
Связанные сверхкритическая флюидная хроматография - газовая хроматография (СФХ-ГХ)	coupled supercritical-fluid chromatography - gas chromatography (SFC-GAC)
Связанные сверхкритическая флюидная хроматография - инфракрасная спектроскопия с преобразованием Фурье (СФХ-ИКПФ)	coupled supercritical-fluid chromatography - Fourier-transform infrared spectrometry (SFC-FTIR)
Связанные сверхкритическая флюидная хроматография - масс-спектрометрия (СФХ-МС)	coupled supercritical-fluid chromatography - mass spectrometry (SFC-MS)
Связанные сверхкритическая флюидная экстракция - газовая хроматография (СФЭ-ГХ)	coupled supercritical-fluid extraction - gas chromatography (SFE-GC)
Связанные сверхкритическая флюидная экстракция - жидкостная хроматография (СФЭ-ЖХ)	coupled supercritical-fluid extraction - liquid chromatography (SFE-LC)
Связанные сверхкритическая флюидная экстракция - сверхкритическая флюидная хроматография (СФЭ-СФХ)	coupled supercritical-fluid extraction - supercritical-fluid chromatography (SFE-SFC)
Связанные системы	coupled-system
Снижение давления в колонке	pressure drop across the column
Состав подвижной фазы	mobile-phase composition
Таймированный инжектор	timed injector
Фриттовый ограничитель	frit restrictor
Элюирование с программируемой плотностью	density-programmed elution
Элюирование с программируемым давлением	pressure-programmed elution
Элюирование с программируемыми давлением/температурой	pressure/temperature-programmed elution

Комиссия по терминологии Научного совета РАН по аналитической химии

* * * * *